

03.12.03

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

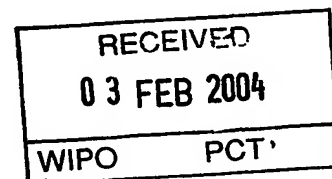
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2002年11月 6日

出 願 番 号
Application Number: 特願2002-322773
[ST. 10/C]: [JP2002-322773]

出 願 人
Applicant(s): 株式会社豊田自動織機
チッソ株式会社

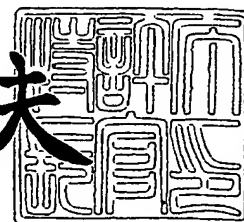


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 1月15日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 PY20020123

【提出日】 平成14年11月 6日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09K 11/06
H05B 33/20

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県刈谷市豊田町 2 丁目 1 番地 株式会社 豊田自動
織機 内

【氏名】 長柄 良明

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県刈谷市豊田町 2 丁目 1 番地 株式会社 豊田自動
織機 内

【氏名】 村崎 孝則

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県刈谷市豊田町 2 丁目 1 番地 株式会社 豊田自動
織機 内

【氏名】 山本 一郎

【特許出願人】

【識別番号】 000003218

【氏名又は名称】 株式会社 豊田自動織機

【特許出願人】

【識別番号】 000002071

【氏名又は名称】 チッソ 株式会社

【代理人】

【識別番号】 100068755

【弁理士】

【氏名又は名称】 恩田 博宣

【選任した代理人】

【識別番号】 100105957

【弁理士】

【氏名又は名称】 恩田 誠

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 002956

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9721048

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 有機電界発光素子

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 一対の電極間に電子輸送層を含む複数の有機化合物含有層が挟持された有機電界発光素子であって、

前記電子輸送層は、少なくとも第一の有機化合物と第二の有機化合物とを含有し、

第一の有機化合物は、第二の有機化合物の電子移動度よりも高い電子移動度を有し、

第二の有機化合物は、第一の有機化合物のガラス転移温度よりも高いガラス転移温度を有する

ことを特徴とする有機電界発光素子。

【請求項 2】 一対の電極間に電子輸送層を含む複数の有機化合物含有層が挟持された有機電界発光素子であって、

前記電子輸送層は、少なくとも第一の有機化合物と第二の有機化合物とを含有し、

第一の有機化合物は、第二の有機化合物の電子移動度よりも高い前記電子移動度を有し、

第二の有機化合物は、該有機化合物のみで前記電子輸送層を形成した前記有機電界発光素子の初期輝度半減期が、第一の有機化合物のみで前記電子輸送層を形成した前記有機電界発光素子の前記初期輝度半減期よりも長くなる有機化合物である

ことを特徴とする有機電界発光素子。

【請求項 3】 請求項 1 又は 2 に記載の有機電界発光素子であって、第一の有機化合物はシロール誘導体であることを特徴とする有機電界発光素子。

【請求項 4】 請求項 1 から 3 のいずれか 1 項に記載の有機電界発光素子であって、第一の有機化合物は分子量が 4 0 0 以上であることを特徴とする有機電界発光素子。

【請求項 5】 請求項 1 から 4 のいずれか 1 項に記載の有機電界発光素子で

あって、第二の有機化合物は金属錯体であることを特徴とする有機電界発光素子。

【請求項 6】 請求項 5 に記載の有機電界発光素子であって、前記金属錯体はキノリノラト系金属錯体であることを特徴とする有機電界発光素子。

【請求項 7】 請求項 1 から 6 のいずれか 1 項に記載の有機電界発光素子であって、前記電子輸送層全体に対する第一の有機化合物の重量割合が 1 % 以上 50 % 以下であることを特徴とする有機電界発光素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は有機電界発光素子（有機 EL 素子）に関する。

【0002】

【従来の技術】

有機 EL 素子は、次世代ディスプレイの素子として注目されている。有機 EL 素子は、一般に、ガラス基板上に ITO（インジウムスズ酸化物）等の透明導電材料からなる陽極を形成し、その陽極上にホール注入層、ホール輸送層、発光層、電子輸送層及び陰極を順番に積層することによって形成されている。このように構成された有機 EL 素子は、陽極と陰極との間に直流電圧を印加することによって発光する。すなわち、陽極からホール（正孔）が、陰極から電子が注入され、注入されたホールがホール注入層及びホール輸送層を介して発光層に移動し、電子が電子輸送層を介して発光層に移動することにより、発光層においてホールと電子が再結合して発光する。

【0003】

そして、このような有機 EL 素子に適した材料の開発が行われるようになっていく（例えば、特許文献 1、特許文献 2、及び、特許文献 3 参照。）。

ところで、有機 EL 素子は、素子寿命を長くすることが望まれている。つまり、素子寿命を示す指標として通常用いられる初期輝度半減期を延ばすことが求められている。初期輝度半減期とは、有機 EL 素子に対して、初期状態において予め定めた輝度（初期輝度）となるような直流電流を流し続けたとき、輝度が初期

輝度の半分に低下するまでに要する時間のことである。

【0004】

初期輝度半減期が短くなる主な原因としては、有機化合物の、電流注入によって発生する熱や時間経過等による結晶化、酸化反応や還元反応等の電気化学的な分解、化学的な分解、有機材料の凝集、隣接層との密着性の悪さによる剥離、隣接層との錯体形成による輝度低下などが考えられている。

【0005】

初期輝度半減期が長い電子輸送層用の材料としては、キノリノラト系金属錯体が知られている。中でも、トリスー（8-キノリノラト）アルミニウム（Alq3）やビス（2-メチル-8-キノリノラト）（p-フェニルフェノラト）アルミニウム（BALq）は初期輝度半減期が極めて長いことが知られている。

【0006】

【特許文献1】

特開平09-87616号公報

【特許文献2】

特開平09-194487号公報

【特許文献3】

特開2002-100479号公報

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、Alq3やBALqを単独で電子輸送層に用いた有機EL素子は、初期輝度半減期は長いものの、電子移動度が低いために高い発光効率を得ることが難しいという問題があった。

【0008】

本発明は、上記問題点に鑑みなされたものであり、長い初期輝度半減期を有し、且つ、高い発光効率を有する有機電界発光素子を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、鋭意研究の結果、以下の有機EL素子が上記目的を達成するこ

とを見出した。

【0010】

第一の有機EL素子は、一对の電極間に電子輸送層を含む複数の有機化合物を含有する層が挟持され、電子輸送層は、少なくとも第一の有機化合物と第二の有機化合物によって形成され、第一の有機化合物の電子移動度が第二の有機化合物の電子移動度よりも高く、第二の有機化合物のガラス転移温度が第一の有機化合物のガラス転移温度よりも高いことを特徴とする。

【0011】

なお、本明細書において、「第二の有機化合物のガラス転移温度が第一の有機化合物のガラス転移温度よりも高い」とは、示差走査熱量分析法における昇温過程において第二の有機化合物にはガラス転移温度が現れず、且つ第二の有機化合物が第一の有機化合物のガラス転移温度以上で分解することを含む。

【0012】

「電子移動度」とは、有機化合物に予め定められた強度の電界を印加したときに測定される電子移動度を意味する。ただし、電子移動度を測定する際に印加する電界の強度は、有機EL素子が実際に使用される際に印加される電界強度の範囲内にあることを条件とする。

【0013】

「電子輸送層」は、少なくとも電子輸送機能を有していればよい。したがって、発光機能等の電子輸送機能以外の機能を有していても良い。

「ガラス転移温度」とは、低温でガラス状態にある固体が昇温により、結晶化しやすい過冷却液体状態に転移する物質に固有な狭い温度領域のことである。

【0014】

このように、電子移動度の高い第一の有機化合物とガラス転移温度が高い第二の有機化合物とを含有した電子輸送層を備えた有機EL素子は、長い初期輝度半減期を有し、かつ、高い発光効率を有していた。

【0015】

このような作用が得られた理由は、以下のI及びIIのようにも考えられる。

I 第二の有機化合物に、これよりも電子移動度の高い第一の有機化合物を加

えることによって、電子輸送層全体としての電子移動度が高くなり発光効率が向上した。

【0016】

つまり、電子移動度が高い有機材料を採用したため、多くの電流を流すことができ、その結果、有機EL素子の発光効率が向上した。

II 第一の有機化合物と、これよりもガラス転移温度が高い第二の有機化合物とが共存しているために、第一の有機材料の結晶化が抑えられ、第一の有機化合物のみで電子輸送層を構成した場合よりも初期輝度半減期が長くなった。

【0017】

有機EL素子の各有機層は非晶質に形成してあり、各有機層が結晶化すると、有機EL素子の初期輝度半減期を短くする一因となる。従って、ガラス転移温度が高く、結晶化しにくい材料を用いたため初期輝度半減期が長くなった。

【0018】

第二の有機EL素子は、一对の電極間に電子輸送層を含む複数の有機化合物層が挟持され、電子輸送層が少なくとも第一の有機化合物と第二の有機化合物によって形成される。第一の有機化合物は第二の有機化合物よりも電子移動度が高い材料である。第二の有機化合物は、電子輸送層を第一の有機化合物のみで形成した有機EL素子よりも、電子輸送層を第二の有機化合物のみで形成した有機EL素子の方が初期輝度半減期が長くなる材料である。この第二の有機EL素子は、長い初期輝度半減期を有し、かつ、高い発光効率を有していた。

【0019】

初期輝度半減期に大きく影響を及ぼすと考えられる要因には、電気化学的（酸化、還元反応）安定性、化学的安定性、有機材料の凝集、隣接層との密着性、隣接層と錯体の形成などが挙げられる。そして、これらの要因が初期輝度半減期に及ぼす影響は、ガラス転移温度が初期輝度半減期に及ぼす影響よりも大きいと考えられる。従って、第二の有機EL素子は、上記構成を採用したことで、長い初期輝度半減期と高い発光効率とを兼ね備えたと考えられる。

【0020】

また、上記第一又は第二の有機EL素子において、第一の有機化合物がシロー

ル誘導体（シラシクロペンタジエン誘導体）であると、発光効率が極めて高くなることを見いだした。

【0021】

また、上記有機EL素子において、第一の有機化合物として分子量が400以上の化合物を採用しても長い初期輝度半減期と高い発光効率とを兼ね備えることができることを見出した。

【0022】

また、上記有機EL素子において、第二の有機化合物を金属錯体とすると、有機EL素子の初期輝度半減期が特に長くなることを見出した。中でも、キノリノラト系金属錯体を採用すると、極めて長い初期輝度半減期を有する有機EL素子が得られることを見いだした。

【0023】

また、上記有機EL素子において、第一の有機化合物の電子輸送層全体に対する重量割合が1%以上50%以下とすると、初期輝度半減期が極めて長く、かつ、発光効率が極めて高くなることを見いだした。

【0024】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の有機EL素子の実施の形態を詳細に説明する。図1は本発明による有機EL素子の断面図であり、図1中の1は基板、2は陽極、3はホール注入層、4はホール輸送層、5は発光層、6は電子輸送層、7は陰極を表す。そして、ホール注入層3、ホール輸送層4、発光層5、電子輸送層6は有機化合物含有層である。

【0025】

なお、ホール注入層3やホール輸送層4は必ずしも必要ではないが、これらの層の存在によって、有機EL素子の発光効率や初期輝度半減期を向上させることが可能になる。

【0026】

基板1は、有機EL素子を支持するもので、材料に特に制限はない。例えば、ガラス板、プラスチックシート、プラスチックフィルム、金属板、金属箔、シリ

コン等のセラミック材料等、公知の材料を用いることができる。プラスチックシート及びプラスチックフィルムとしては、ポリエチレンテレフタレート、ポリカーボネート、ポリメタクリレート等の材料が、防湿性、耐衝撃性、耐熱性、表面平滑性等に優れているために好ましく用いられる。また、プラスチック材料の防湿性を向上させるために、基板 1 表面に、シリコン窒化膜、シリコン酸化膜、シリコン酸化窒化膜等を設けてもよい。有機 EL 素子からの光を基板側から取り出す場合には、基板 1 は可視光領域における透明性を有する必要がある。

【0027】

陽極 2 は、ホール注入層 3 にホールを注入する役割を有する。陽極 2 の材料としては、電氣的に低抵抗で、仕事関数が大きければ任意の材料を採用でき、これらの条件を満たす金属、合金、電気伝導性の化合物及びこれらの混合物等の公知の材料を用いることができる。例えば、ITO、酸化スズ、酸化亜鉛、酸化亜鉛と酸化インジウムの混合系、窒化チタン等の金属酸化物や金属窒化物；金、白金、銀、銅、アルミニウム、ニッケル、鉛、クロム、モリブデン、タングステン、タンタル、ニオブ等の金属；ポリアニリン、ポリチオフェン、ポリピロール、ポリフェニレンビニレン等の導電性高分子等が挙げられる。なお、陽極 2 は、単独の材料で形成してもよく、複数の材料で形成してもよい。陽極 2 の膜厚は 10 nm ~ 1 μ m 程度であり、好ましくは 10 nm ~ 300 nm である。陽極 2 はスパッタリング法、イオンプレーティング法、真空蒸着法、スピコート法などによって形成される。

【0028】

ホール注入層 3 は、陽極 2 から注入されたホールを効率よくホール輸送層 4 へ注入する役割と、陽極 2 と有機層全体との密着性をあげる役割を有する。ホール注入層 3 に用いられる材料の条件としては、陽極 2 との密着性がよいこと、イオン化ポテンシャルが低いこと、ガラス転移温度が高いことなどが挙げられる。ホール注入層 3 の材料は、このような条件を満たすものであれば特に制限はなく、公知の材料を用いることができる。例えば、フタロシアニン誘導体、ポルフィリン誘導体、ポリフェニレンビニレン誘導体、スターバーストアミン誘導体、ポリアニリン、ポリチオフェン等が挙げられる。これらの化合物の中でも、フタロシ

アニン誘導体としては銅フタロシアニン、無金属フタロシアニンが、スターバーストアミン誘導体としては4, 4', 4"-トリス(3-メチルフェニルフェニルアミン)トリフェニルアミンが、上記条件を良好に満たす化合物として好ましく採用される。ホール注入層3は、上記したような化合物一つのみで形成してもよく、複数の材料によって形成してもよい。ホール注入層3の膜厚は5 nm~100 nm程度であり、好ましくは10 nm~50 nmである。ホール注入層3は真空蒸着法、スピコート法、ディップ法などによって形成することができる。

【0029】

ホール輸送層4は、ホール注入層3から注入されたホールを効率よく発光層5へ輸送する役割を有する。ホール注入層3が設けられない場合には、陽極2から注入されたホールを発光層5へ効率よく輸送する役割を有する。ホール輸送層に用いられる材料の条件は、ホール注入層3(又は陽極2)からのホール注入が容易なこと、及び注入されたホールを発光層5へ効率よく輸送することである。ホール輸送層4形成用の材料は、このような条件を満たすものであれば特に制限はなく使用でき、公知の材料を用いることができる。例えば、トリアリールアミン誘導体、トリフェニルアミン構造を主鎖並びに/若しくは側鎖として繰り返し構造を持つ化合物、トリフェニルメタン誘導体、ヒドラゾン誘導体、オキサゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、トリアゾール誘導体、トリフェニルメタン誘導体、フルオレニルジフェニルアミン誘導体、ベンジジン誘導体、ピラゾリン誘導体、スチルベン誘導体、スチリルアミン誘導体、ポリフェニレンビニレン誘導体、カルバゾール誘導体、フェニレンジアミン誘導体、スピロ化合物等が挙げられる。また、ホール注入層3に用いることができる材料も採用できる。これらの化合物の中でも、トリアリールアミン誘導体としてはトリフェニルアミン、トリフェニルアミンの2量体、3量体、4量体、5量体;ベンジジン誘導体としては、N, N'-ジナフチル-N, N'-ジフェニルベンジジン;カルバゾール誘導体としては4, 4'-N, N'-ジカルバゾールビフェニル、ポリ(N-ビニルカルバゾール)が、上記条件を良好に満たす化合物として好ましく採用される。ホール輸送層4は単独の材料によって形成してもよく、複数の材料によって形成

してもよい。ホール輸送層 4 の膜厚は 5 nm～100 nm 程度であり、好ましくは 10 nm～50 nm である。ホール輸送層 4 は真空蒸着法、スピンコート法、ディップ法などによって形成することができる。

【0030】

発光層 5 では、有機材料が発光する。すなわち、発光層 5 で、ホール輸送層 4 中を移動してきたホールと、電子輸送層 6 中を移動してきた電子が再結合して励起子が形成され、それが基底状態に戻るときに発光が起きる。発光層 5 に用いられる材料に求められる条件としては、高い蛍光量子効率を示すこと、ホール並びに／若しくは電子を効率よく輸送することができること、ガラス転移温度が高いこと等が挙げられる。発光層 5 形成用の材料は、上記条件を満たすものであれば特に制限はなく、公知の材料を用いることができる。例えば、ジスチルアリレン誘導体、ジスチルベンゼン誘導体、ジスチルアミン誘導体、キノリノラト系金属錯体、トリアリールアミン誘導体、アゾメチン誘導体、オキサジアゾール誘導体、ピラゾロキノリン誘導体、シロール誘導体、ナフタレン誘導体、アントラセン誘導体、ジカルバゾール誘導体、ペリレン誘導体、オリゴチオフェン誘導体、クマリン誘導体、ピレン誘導体、テトラフェニルブタジエン誘導体、ベンゾピラン誘導体、ユーロピウム錯体、ルブレン誘導体、キナクリドン誘導体、トリアゾール誘導体、ベンゾオキサゾール誘導体、ベンゾチアゾール誘導体が挙げられる。これらの化合物の中でも、キノリノラト系金属錯体としては Alq₃、BA1q；トリアリールアミン誘導体としてはトリフェニルアミンの 4 量体；ジスチルアリレン誘導体としては 4, 4'-ビス(2, 2'-ジフェニルビニル)ビフェニル(DPVBi)が、上記した各条件を良好に満たす化合物として好ましく採用される。発光層 5 は単独の層によって構成してもよく、複数の層によって構成してもよい。また、単独の材料で形成してもよく、複数の材料で形成してもよい。通常、有機 EL 素子の発光効率や初期輝度半減期を向上させる目的で、ホスト化合物にゲスト化合物を数%ドーピングするが、ドーピングしなくてもよい。ドーピングするときは、発光層内におけるゲスト化合物の濃度を一定にしないでよい。発光層 5 の膜厚は 1 nm～100 nm 程度であり、好ましくは 10～50 nm 程度である。発光層 5 は真空蒸着法などによって形成することができ

る。

【0031】

電子輸送層 6 は、陰極 7 から注入された電子を発光層 5 へ効率よく輸送する役割、及び発光層 5 で生成した励起子が拡散して陰極 7 で消光するのを防ぐ役割を有する。電子輸送層 6 に用いられる材料は、陰極からホールの注入が容易で、かつ、注入された電子を効率よく輸送する要件を満たした化合物であって、以下の条件 1 並びに条件 2 を満たす二種の有機化合物（第一の有機化合物と第二の有機化合物）、又は、条件 1 並びに条件 3 を満たす二種の有機化合物（第一の有機化合物と第二の有機化合物）が採用される。

【0032】

条件 1：第一の有機化合物は第二の有機化合物よりも電子移動度が高い。

条件 2：第二の有機化合物は第一の有機化合物よりもガラス転移温度が高い。

条件 3：電子輸送層を第一の有機化合物のみで形成した有機 EL 素子よりも、電子輸送層を第二の有機化合物のみで形成した有機 EL 素子の方が初期輝度半減期が長くなる、第一の有機化合物と第二の有機化合物。

【0033】

すなわち、第一の有機化合物と第二の有機化合物の電子移動度と、ガラス転移温度又はそれぞれの有機化合物を単独で電子輸送層に用いたときの初期輝度半減期の相対的な大小関係が本発明の関係を満たしていればよい。なお、電子輸送層 6 は、これらの二つの有機化合物が主成分であればよく、他の有機化合物（好ましくは上記要件を満たした有機化合物）を含有してもよい。

【0034】

上記要件を満たす有機化合物としては特に制限はなく、公知の材料を用いることができる。例えば、シロール誘導体、キノリノラト系金属錯体、オキサゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、フェナントロリン誘導体、キノキサリン誘導体、キノリン誘導体、ピロール誘導体、ベンゾピロール誘導体、ピラゾール誘導体、チアゾール誘導体、ベンゾチアゾール誘導体、チアジアゾール誘導体、チオナフテン誘導体、イミダゾール誘導体、ベンゾイミダゾール誘導体、トリアゾール誘導体、ジスチリルベンゼン誘導体、スピロ化合物等が挙げられる。キノリノ

ラト系金属錯体としては、配位子として8-キノリノラト、2-メチル-8-キノリノラト、4-メチル-8-キノリノラト、5-メチル-8-キノリノラト、3, 4-ジメチル-8-キノリノラト、4-エチル-8-キノリノラト、4, 5-ジメチル-8-キノリノラト、4, 6-ジメチル-8-キノリノラト、4-メトキシ-8-キノリノラト、10-ベンゾ[h]キノリノラト、ベンゾ[f]-8-キノリノラト、8-キノリノラトの2量体、7-プロピル-8-キノリノラトなどを持つ錯体で、中心金属はアルミニウム、ベリリウム、亜鉛、マグネシウム、ガリウム、インジウム、銅、カルシウム、錫、鉛のものが好ましく用いられる。

【0035】

第一の有機化合物としては、シロール誘導体が好ましく、更に好ましくは特許文献1または特許文献2に記載のシロール誘導体であり、それらの中でも2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールや2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス(2-メチルフェニル)シロールが特に好ましく用いられることを見出した。

【0036】

また同時に、第二の有機化合物として好ましくは金属錯体、特に好ましくはキノリノラト系金属錯体を採用すれば、長い初期輝度半減期と高い発光効率とを有する有機EL素子が得られることを見いだした。キノリノラト系金属錯体としては、Alq₃、BA1q、トリス(2-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム、トリス(5-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム、モノ(4-メチル-8-キノリノラト)ビス(8-キノリノラト)アルミニウム、モノ(4-エチル-8-キノリノラト)モノ(4-メチル-8-キノリノラト)モノ(8-キノリノラト)アルミニウム、トリス(3, 4-ジメチル-8-キノリノラト)アルミニウム、トリス(4-メトキシ-8-キノリノラト)アルミニウム、トリス(4, 5-ジメチル-8-キノリノラト)アルミニウム、トリス(4, 6-ジメチル-8-キノリノラト)アルミニウム、トリス(5-クロロ-8-キノリノラト)アルミニウム、トリス(5-ブロモ-8-キノリノラト)アルミニウム、トリ

ス (5, 7-ジクロロ-8-キノリノラト) アルミニウム、トリス (5-シアノ-8-キノリノラト) アルミニウム、トリス (5-スルホニル-8-キノリノラト) アルミニウム、トリス (5-プロピル-8-キノリノラト) アルミニウム、ビス (8-キノリノラト) 亜鉛、ビス (2-メチル-8-キノリノラト) 亜鉛、ビス (2, 4-ジメチル-8-キノリノラト) 亜鉛、ビス (2-メチル-5-クロロ-8-キノリノラト) 亜鉛、ビス (2-メチル-5-シアノ-8-キノリノラト) 亜鉛、ビス (3, 4-ジメチル-8-キノリノラト) 亜鉛、ビス (4, 6-ジメチル-8-キノリノラト) 亜鉛、ビス (5-クロロ-8-キノリノラト) 亜鉛、ビス (5, 7-ジクロロ-8-キノリノラト) 亜鉛、ビス (ベンゾ [f] -8-キノリノラト) 亜鉛、ビス (8-キノリノラト) ベリリウム、ビス (2-メチル-8-キノリノラト) ベリリウム、ビス (2, 4-ジメチル-8-キノリノラト) ベリリウム、ビス (2-メチル-5-クロロ-8-キノリノラト) ベリリウム、ビス (2-メチル-5-シアノ-8-キノリノラト) ベリリウム、ビス (3, 4-ジメチル-8-キノリノラト) ベリリウム、ビス (4, 6-ジメチル-8-キノリノラト) ベリリウム、ビス (5-クロロ-8-キノリノラト) ベリリウム、ビス (4, 6-ジメチル-8-キノリノラト) ベリリウム、ビス (10-ヒドロキシベンゾ [h] キノリノラト) ベリリウム、ビス (8-キノリノラト) マグネシウム、ビス (2-メチル-8-キノリノラト) マグネシウム、ビス (2, 4-ジメチル-8-キノリノラト) マグネシウム、ビス (2-メチル-5-クロロ-8-キノリノラト) マグネシウム、ビス (2-メチル-5-シアノ-8-キノリノラト) マグネシウム、ビス (3, 4-ジメチル-8-キノリノラト) マグネシウム、ビス (4, 6-ジメチル-8-キノリノラト) マグネシウム、ビス (5-クロロ-8-キノリノラト) マグネシウム、ビス (5, 7-ジクロロ-8-キノリノラト) マグネシウム、ビス (10-ベンゾ [h] キノリノラト) マグネシウム、トリス (8-キノリノラト) インジウム、8-キノリノラトリチウム、トリス (5-クロロ-8-キノリノラト) ガリウム、ビス (5-クロロ-8-キノリノラト) カルシウム、ビス (2-メチル-8-キノリノラト) (トリフェニルシラノラト) アルミニウム、ビス (2-メチル-8-キノリノラト) (ジフェニルメチルシラノラト) アルミニウム、ビス (2-メチル-8-キノリノラ

ト) (tert-ブチルジフェニルシラノラト) アルミニウム、ビス(2-メチルー8-キノリノラト) (トリス-(4, 4-ビフェニル) シラノラト) ガリウム、ビス(2-メチルー8-キノリノラト) (1-ナフトラト) ガリウム、ビス(2-メチルー8-キノリノラト) (2-ナフトラト) ガリウム、ビス(8-キノリノラト) 銅等が好ましく採用される。また、第二の有機化合物として、フェナントロリン誘導体であるバソクプロインやバソフェナントロリン; トリアゾール誘導体である3-(4-ビフェニル)-4-(4-エチルフェニル)-5-(4-tert-ブチルフェニル)-1, 2, 4-トリアゾールも好ましく採用される。

【0037】

また、電子輸送層6全体に対する第一の有機化合物の重量割合が1%以上50%以下であるとき、初期輝度半減期が長く、かつ、高い発光効率が得られることが分かった。さらに、第一の有機化合物が分子量400以上であってもよいことを見いだした。

【0038】

なお、電子輸送層6は、第一の有機化合物と第二の有機化合物を共蒸着をして形成してもよく、積層して形成してもよい。共蒸着により形成する場合には、膜厚方向に濃度分布があってもよく、なくてもよい。積層構造により形成する場合には、第一の有機化合物の上に第二の有機化合物を積層してもよいし、第二の有機化合物の上に第一の有機化合物を積層してもよい。

【0039】

電子輸送層6の膜厚は5~100nm程度であり、好ましくは5~50nm程度である。電子輸送層6は真空蒸着法などによって形成することができる。

陰極7は電子輸送層6に電子を注入する役割を有する。陰極7に用いられる材料としては、電氣的に低抵抗で仕事関数が低ければ特に制限なく、金属、合金、電気伝導性の化合物及びこれらの混合物等の公知の材料を用いることができる。例えば、金、銀、銅、アルミニウム、インジウム、カルシウム、スズ等の金属; アルミニウム-カルシウム合金、アルミニウム-リチウム合金等のアルミニウム合金、マグネシウム-銀合金、マグネシウム-インジウム合金等のマグネシウム

合金等の合金が挙げられる。また、陽極 2 に用いられる材料として採用できる材料も使用できる。陰極 7 は単独の材料によって形成してもよいし、複数の材料によって形成してもよい。陰極 7 の膜厚は 5 nm \sim 1 μ m 程度であり、好ましくは 10 nm \sim 500 nm である。陰極 7 は真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法、電子ビーム蒸着法などによって形成できる。

【0040】

なお、陽極 2 及び陰極 7 の内、発光層 5 よりも光の取りだし側にある電極は透明又は半透明である。透明又は半透明の電極の透過率は可視光領域で 10 % 以上が好ましい。

【0041】

陰極 7 から電子輸送層 6 への電子の注入性を上げたり、陰極 7 と電子輸送層 6 との密着性を良くするために、陰極 7 と電子輸送層 6 との間に陰極界面層を形成してもよい。陰極界面層の材料は、以上の性能を付与する材料であれば制限なく採用でき、公知の材料を用いることができる。例えば、フッ化リチウム、酸化リチウム、フッ化マグネシウム、フッ化カルシウム、フッ化ストロンチウム、フッ化バリウム等のアルカリ金属、アルカリ土類金属のフッ化物、酸化物、塩化物、硫化物等を用いることができる。陰極界面層は、単独の材料で形成してもよいし、複数の材料によって形成してもよい。陰極界面層の膜厚は 0.1 nm \sim 10 nm 程度であり、好ましくは 0.3 nm \sim 3 nm である。陰極界面層は陰極界面層内で膜厚を均一に形成してもよいし、不均一に形成してもよく、島状に形成してもよい。陰極界面層は真空蒸着法などによって形成することができる。

【0042】

陰極 7 から電子輸送層 6 への電子注入性を良くしたり、陰極 7 と電子輸送層 6 との密着性を良くしたりするために、電子輸送層 6 と陰極 7 との間に、電子輸送層 6 に用いる材料と陰極 7 に用いる材料とを共蒸着した層を形成してもよい。また、電子輸送層 6 を設けない場合には、陰極 7 と発光層 5 との間に、両者の密着性を上げたり、前者から後者への電子注入性を上げたりするために、それぞれの層の形成に用いることができる材料を共蒸着した層を形成してもよい。

【0043】

陽極 2 から注入されたホールの一部が発光層 5 で電子と再結合せずに電子輸送層 6 まで達し、素子の発光効率が下がってしまうことを防ぐために、発光層 5 と電子輸送層 6 との間にホールブロック層を設けてもよい。すなわち、ホールブロック層は、ホールをブロックする役割を有する。ホールブロック層形成用の材料は、イオン化ポテンシャルが、発光層 5 に用いた材料のイオン化ポテンシャルよりも大きいことが望ましい。このような条件を満たす材料であれば、特に制限はなく、公知の材料を用いることができる。例えば、電子輸送層 6 に用いることができる材料であって、発光層 5 に用いた材料よりもイオン化ポテンシャルが大きい材料を用いることができる。なお、発光層 5 の材料のイオン化ポテンシャルよりも 0.1 eV 以上大きいイオン化ポテンシャルを有する材料は、ホールを効果的にブロックするために好ましく用いられる。ホールブロック層は単独の層によって構成してもよいし、複数の層によって構成してもよい。また、単独の材料により形成してもよく、複数の材料により形成してもよい。ホールブロック層の膜厚は 0.5 ~ 50 nm、好ましくは 1 ~ 10 nm である。ホールブロック層は真空蒸着法などによって形成することができる。

【0044】

なお、上記した積層順とは逆に、基板 1 上に陰極 7、電子輸送層 6、発光層 5、ホール輸送層 4、ホール注入層 3、陽極 2 の順に積層して有機 EL 素子を形成してもよい。この有機 EL 素子にも、ホール輸送層 4 やホール注入層 3 は必ずしも必要ではなく、さらに上記したホールブロック層や陰極界面層等を必要に応じて設けてもよい。また、陰極 7 あるいは陽極 2 のうち、発光層 5 よりも光の取りだし側に配置された電極が透明であればよい。

【0045】

【実施例】

以下、本発明を実施例を用いて具体的に説明するが、本発明は実施例に限定して解釈されないのは当然である。

(実施例 1) A1q3 と 2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-ジメチル-3,4-ジフェニルシロールを共蒸着して電子輸送層 6 を形成する例

基板 1 として、透明のガラス基板を用いた。基板 1 上には陽極 2 を形成した。
陽極 2 は、厚さ 190 nm の ITO より形成した。

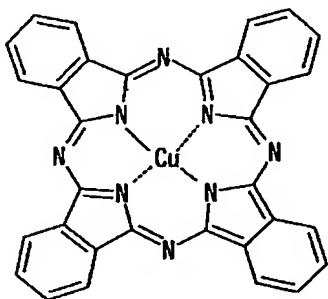
【0046】

ここで、有機層を蒸着する前の基板洗浄として、基板 1 をアルカリ洗浄し、次いで純水洗浄し、乾燥した後、紫外線オゾン洗浄をした。

基板 1 を真空蒸着装置へ移し、ITO の上にホール注入層 3 として、式 (1) に示す銅フタロシアニンを、カーボンるつばで蒸着速度 0.1 nm/s、真空度約 5.0×10^{-5} Pa で厚さ 10 nm に蒸着した。

【0047】

【化 1】

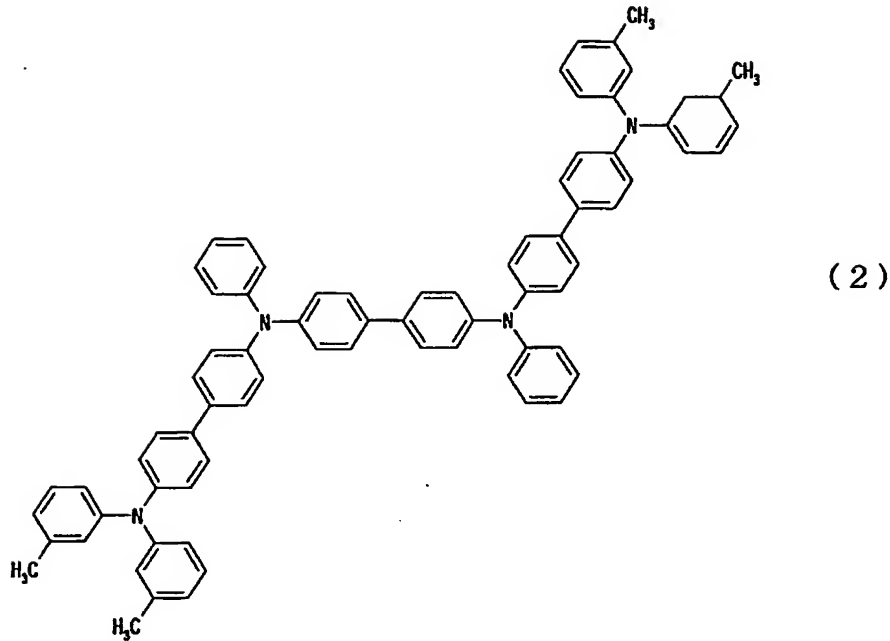


(1)

ホール注入層 3 の上にホール輸送層 4 として、式 (2) に示すトリフェニルアミンの 4 量体を、カーボンるつばで蒸着速度 0.1 nm/s、真空度約 5.0×10^{-5} Pa で厚さ 10 nm に蒸着した。

【0048】

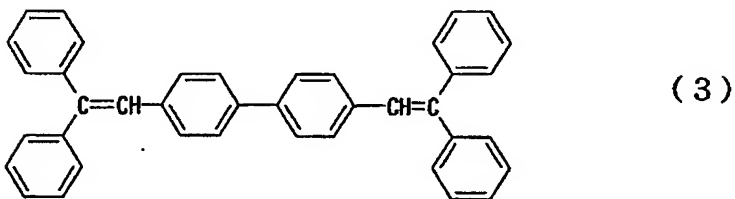
【化2】



ホール輸送層4の上に、発光層5として、式(3)に示すDPVBi(発光色青)を、蒸着速度 0.1 nm/s 、真空度約 $5.0 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ で膜厚 30 nm に蒸着した。

【0049】

【化3】

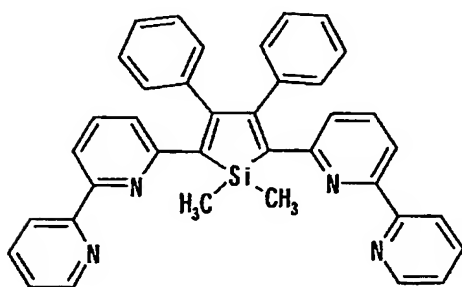


発光層5の上に、第一の有機化合物としてシロール誘導体である式(4)に示す2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-ジメチル-3,4-ジフェニルシロールと、第二の有機化合物としてキノリノラト系金属錯体である式(5)に示すA1q3とを共蒸着して、厚さ 20 nm の電子輸送層6を形成した。2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-ジメチル-3,4-ジフェニルシロールの電子輸送層6全体に対する重量割合は1%とした。なお、2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-

ジメチル-3,4-ジフェニルシロールの重量割合の制御は、Alq3と2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-ジメチル-3,4-ジフェニルシロールの蒸着速度の比率を変化させて行った。Alq3と2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-ジメチル-3,4-ジフェニルシロールの蒸着速度の和が約0.1 nm/s、真空度約 5.0×10^{-5} Paで蒸着した。

【0050】

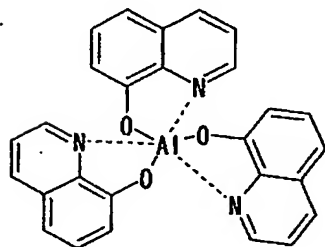
【化4】



(4)

【0051】

【化5】



(5)

Alq3と2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-ジメチル-3,4-ジフェニルシロールと比較した結果、ガラス転移温度はAlq3の方が高く、さらに2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-ジメチル-3,4-ジフェニルシロールの方がAlq3よりも実用上の電界強度下での電子移動度が高かった。

【0052】

なお、ガラス転移温度は、示差走査熱量分析法によって測定し、電子移動度の測定は、Time of Flight (TOF) 法によって測定した。TOF

法は、試料表面にパルス光を照射し、パルス光によって発生したキャリアが試料内を移動することによって生じた過渡電流を測定して電子移動度を測定する方法である。

【0053】

ここで、電子輸送層6をAlq3単独で形成した有機EL素子と、2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-ジメチル-3,4-ジフェニルシロール単独で形成した有機EL素子を比較した結果、Alq3のみで電子輸送層6を形成した有機EL素子の方が初期輝度半減期が長くなっていた。

【0054】

また、2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-ジメチル-3,4-ジフェニルシロールの分子量は570.8である。

電子輸送層6の蒸着が終了した後、電子注入層としてLiFをカーボンるつばで蒸着速度0.03nm/s、真空度約 5.0×10^{-5} Paで厚さ0.5nmに蒸着し、アルミニウムをタングステンボートで蒸着速度1.0nm/s、真空度約 5.0×10^{-5} Paで膜厚100nmに蒸着して陰極7を形成した。

【0055】

作成した有機EL素子の初期輝度半減期および輝度1000cd/m²における電力効率と電流効率の測定結果を表1に示す。輝度は輝度測定器(株式会社トプコンの輝度計BM7)を用いて測定した。なお、初期輝度半減期は、初期輝度を2400cd/m²とし、初期輝度を2400cd/m²とするのに必要な電流を流し続け、輝度が初期輝度の半分に低下するまで、すなわち、輝度が1200cd/m²になるまでの時間とした。

(実施例2~6) Alq3と2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-ジメチル-3,4-ジフェニルシロールを共蒸着して電子輸送層6を形成する例

実施例2~6は、電子輸送層6全体に対する2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-ジメチル-3,4-ジフェニルシロールの重量割合が、それぞれ10%、20%、30%、40%、50%である以外は、全て実施例1と同条件で有機EL素子を形成した例である。

【0056】

実施例1と同様に初期輝度半減期及び輝度 1000 cd/m^2 における電力効率と電流効率の測定結果を表1に示す。

(比較例1) Alq3のみで電子輸送層6を形成した例

電子輸送層6を、二つの材料によって形成せずに、Alq3のみで形成した他は、実施例1と同様にして素子を作成した。Alq3を蒸着速度 0.1 nm/s 、真空度約 $5.0 \times 10^{-5}\text{ Pa}$ で厚さ 20 nm になるようにして形成した。

【0057】

作成した素子の初期輝度半減期(初期輝度 2400 cd/m^2)および輝度 1000 cd/m^2 における電力効率と電流効率の測定結果を表1、表3に示す。

(比較例2) Alq3と2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-ジメチル-3,4-ジフェニルシロールを共蒸着して電子輸送層6を形成する例

比較例2は、電子輸送層6全体に対する2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-ジメチル-3,4-ジフェニルシロールの重量割合が60%である以外は、全て実施例1と同条件で有機EL素子を形成した例である。

【0058】

実施例1と同様に初期輝度半減期及び輝度 1000 cd/m^2 における電力効率と電流効率の測定結果を表1に示す。

【0059】

【表 1】

| | 2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロール重量割合(%) | 電力効率 (lm/W) | 電流効率 (cd/A) | 初期輝度 半減期 (hr) |
|-------|--|----------------|----------------|---------------------|
| 実施例 1 | 1 | 2.9 | 4.4 | 170 |
| 実施例 2 | 10 | 3.1 | 4.6 | 167 |
| 実施例 3 | 20 | 3.3 | 4.8 | 167 |
| 実施例 4 | 30 | 3.5 | 5.0 | 163 |
| 実施例 5 | 40 | 3.7 | 5.2 | 163 |
| 実施例 6 | 50 | 3.7 | 5.2 | 162 |
| 比較例 1 | 0 | 2.0 | 3.6 | 173 |
| 比較例 2 | 60 | 3.8 | 5.3 | 117 |

(評価)

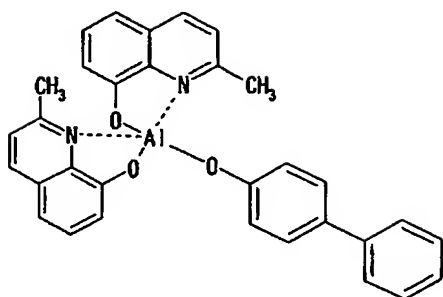
表 1 に示すように、A1q3 と 2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールを共蒸着して電子輸送層 6 を形成した実施例 1 ~ 実施例 6、比較例 2 の有機 EL 素子は、比較例 1 の A1q3 のみで電子輸送層 6 を形成した有機 EL 素子に比べて、電力効率、電流効率が向上した。また、実施例 1 ~ 6、比較例 1 の有機 EL 素子は、比較例 2 の有機 EL 素子に比べて初期輝度半減期が長くなった。従って、電子輸送層 6 全体に対する 2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールの重量割合が 1 % 以上 50 % 以下のとき、長い初期輝度半減期と高い発光効率とを両立できることが分かった。

(実施例 7) BA1q と 2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールを共蒸着して電子輸送層 6 を形成する例

第 7 の実施例は、電子輸送層 6 の材料の第二の有機化合物を、A1q3 から BA1q に変更した以外は、第 1 の実施例と同様の条件で有機 EL 素子を形成したものである。BA1q はキノリノラト系金属錯体であり、その構造式は式 (6) に示すものである。

【0060】

【化 6】



(6)

BA1qと2, 5-ビス(6'-(2', 2''-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールと比較した結果、ガラス転移温度はBA1qの方が高く、さらに2, 5-ビス(6'-(2', 2''-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールの方がBA1qよりも実用上の電界強度下での電子移動度が高かった。

【0061】

また、電子輸送層をBA1q単独で形成した有機EL素子と、2, 5-ビス(6'-(2', 2''-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロール単独で形成した有機素子を比較した結果、BA1qのみで電子輸送層を形成した有機EL素子の方が初期輝度半減期が長くなっていた。

【0062】

作成した有機EL素子の初期輝度半減期(初期輝度 2400 cd/m^2)および輝度 1000 cd/m^2 における電力効率と電流効率を、実施例1の場合と同様に測定した結果を表2に示す。

(実施例8～12) BA1qと2, 5-ビス(6'-(2', 2''-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールを共蒸着して電子輸送層6を形成する例

実施例8～12は、電子輸送層6全体に対する2, 5-ビス(6'-(2', 2''-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールの重量割合が、それぞれ10%、20%、30%、40%、50%である以外は、全て実施例7と同条件で有機EL素子を形成した例である。

【0063】

実施例 7 と同様に初期輝度半減期及び輝度 1000 cd/m^2 における電力効率と電流効率の測定結果を表 2 に示す。

(比較例 3) BAlq のみで電子輸送層 6 を形成した例

電子輸送層 6 を、二つの材料によって形成せずに、BAlq のみで形成した他は、実施例 1 と同様にして素子を作成した。BAlq を蒸着速度 0.1 nm/s で厚さ 20 nm になるようにして形成した。

【0064】

作成した素子の初期輝度半減期 (初期輝度 2400 cd/m^2) および輝度 1000 cd/m^2 における電力効率と電流効率の測定結果を表 2、表 4 に示す。

(比較例 4) BAlq と 2, 5-ビス (6' - (2', 2'' -ビピリジル)) -1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールを共蒸着して電子輸送層 6 を形成する例

比較例 4 は、電子輸送層 6 全体に対する 2, 5-ビス (6' - (2', 2'' -ビピリジル)) -1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールの重量割合が 60% である以外は、全て実施例 7 と同条件で有機 EL 素子を形成した例である。

【0065】

実施例 7 と同様に初期輝度半減期及び輝度 1000 cd/m^2 における電力効率と電流効率の測定結果を表 2 に示す。

【0066】

【表 2】

| | 2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロール重量割合(%) | 電力効率 (lm/W) | 電流効率 (cd/A) | 初期輝度 半減期 (hr) |
|-------|--|----------------|----------------|---------------------|
| 実施例7 | 1 | 2.5 | 4.3 | 159 |
| 実施例8 | 10 | 2.9 | 4.4 | 158 |
| 実施例9 | 20 | 3.1 | 4.6 | 158 |
| 実施例10 | 30 | 3.3 | 4.9 | 157 |
| 実施例11 | 40 | 3.6 | 5.2 | 155 |
| 実施例12 | 50 | 3.7 | 5.5 | 155 |
| 比較例3 | 0 | 1.5 | 3.5 | 160 |
| 比較例4 | 60 | 3.8 | 5.6 | 114 |

(評価)

表2に示すように、BA1qと2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールを共蒸着して電子輸送層を形成した実施例7～実施例12、比較例4の有機EL素子は、比較例3のBA1qのみで電子輸送層6を形成した有機EL素子に比べて、電力効率、電流効率が向上した。また、実施例7～実施例12、比較例3の有機EL素子は、比較例4の有機EL素子に比べて初期輝度半減期が長くなった。従って、電子輸送層6全体に対する2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールの重量割合が1%以上50%以下のとき、長い初期輝度半減期と高い発光効率とを両立できることが分かった。

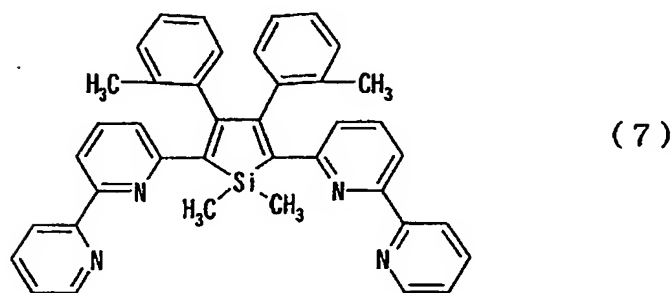
(実施例13) A1q3と2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス(2-メチルフェニル)シロールを共蒸着して電子輸送層6を形成する例

第13の実施例は、電子輸送層6の材料の第一の有機化合物のうち、2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールを2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-

ージメチルー 3, 4-ビス (2-メチルフェニル) シロールに変更した以外は、第 1 の実施例と同様の条件で有機 EL 素子を形成したものである。2, 5-ビス (6' - (2', 2'' -ビピリジル)) -1, 1-ジメチルー 3, 4-ビス (2-メチルフェニル) シロールは式 (7) に示す構造を有するシロール誘導体である。

【0067】

【化 7】



A1q3 と 2, 5-ビス (6' - (2', 2'' -ビピリジル)) -1, 1-ジメチルー 3, 4-ビス (2-メチルフェニル) シロールと比較した結果、ガラス転移温度は A1q3 の方が高く、さらに 2, 5-ビス (6' - (2', 2'' -ビピリジル)) -1, 1-ジメチルー 3, 4-ビス (2-メチルフェニル) シロールの方が A1q3 よりも実用上の電界強度下で電子移動度が高いことがわかった。

【0068】

電子輸送層を A1q3 単独で形成した有機 EL 素子と、2, 5-ビス (6' - (2', 2'' -ビピリジル)) -1, 1-ジメチルー 3, 4-ビス (2-メチルフェニル) シロール単独で形成した有機素子を比較した結果、A1q3 のみで電子輸送層を形成した有機 EL 素子の方が初期輝度半減期が長くなっていた。

【0069】

また、2, 5-ビス (6' - (2', 2'' -ビピリジル)) -1, 1-ジメチルー 3, 4-ビス (2-メチルフェニル) シロールの分子量は 598.8 である。

【0070】

作成した素子の初期輝度半減期（初期輝度 2400 cd/m^2 ）および輝度 1000 cd/m^2 における電力効率と電流効率を実施例 1 の場合と同様に測定した結果を表 3 に示す。

（実施例 14～18） Alq3 と 2, 5-ビス（6'-（2', 2''-ビピリジル））-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス（2-メチルフェニル）シロールを共蒸着して電子輸送層 6 を形成する例

実施例 14～18 は、電子輸送層 6 全体に対する 2, 5-ビス（6'-（2', 2''-ビピリジル））-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス（2-メチルフェニル）シロールの重量割合が、それぞれ 10%、20%、30%、40%、50% である以外は、全て実施例 13 と同条件で有機 EL 素子を形成した例である。

【0071】

実施例 13 と同様に初期輝度半減期（初期輝度 2400 cd/m^2 ）及び輝度 1000 cd/m^2 における電力効率と電流効率の測定結果を表 3 に示す。

（比較例 5） Alq3 と 2, 5-ビス（6'-（2', 2''-ビピリジル））-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス（2-メチルフェニル）シロールを共蒸着して電子輸送層 6 を形成する例

比較例 5 は、電子輸送層 6 全体に対する 2, 5-ビス（6'-（2', 2''-ビピリジル））-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス（2-メチルフェニル）シロールの重量割合が 60% である以外は、全て実施例 13 と同条件で有機 EL 素子を形成した例である。

【0072】

実施例 13 と同様に初期輝度半減期（初期輝度 2400 cd/m^2 ）及び輝度 1000 cd/m^2 における電力効率と電流効率の測定結果を表 3 に示す。

【0073】

【表 3】

| | 2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス(2-メチルフェニル)シロール重量割合(%) | 電力効率 (lm/W) | 電流効率 (cd/A) | 初期輝度 半減期 (hr) |
|-------|--|----------------|----------------|---------------------|
| 実施例13 | 1 | 3.1 | 4.6 | 171 |
| 実施例14 | 10 | 3.3 | 4.9 | 170 |
| 実施例15 | 20 | 3.8 | 5.2 | 169 |
| 実施例16 | 30 | 4.3 | 5.5 | 166 |
| 実施例17 | 40 | 4.5 | 5.7 | 165 |
| 実施例18 | 50 | 4.5 | 5.8 | 165 |
| 比較例1 | 0 | 2 | 3.6 | 172 |
| 比較例5 | 60 | 4.5 | 5.9 | 119 |

(評価)

表3に示すように、Alq3と2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス(2-メチルフェニル)シロールを共蒸着して電子輸送層を形成した実施例13～実施例18、比較例5の素子は、比較例1のAlq3のみで電子輸送層6を形成した素子に比べて、電力効率、電流効率が向上した。また、実施例13～実施例18、比較例1の有機EL素子は、比較例5の有機EL素子に比べて初期輝度半減期が長くなった。従って、電子輸送層6全体に対する2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールの重量割合が1%以上50%以下のとき、長い初期輝度半減期と高い発光効率とを両立できることが分かった。

(実施例19) BA1qと2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス(2-メチルフェニル)シロールを共蒸着して電子輸送層6を形成する例

第19の実施例は、電子輸送層6の材料の第二の有機化合物のうち、Alq3をBA1qに変更した以外は、第13の実施例と同様の条件で有機EL素子を形成したものである。

【0074】

BA1qと2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス(2-メチルフェニル)シロールと比較した結果、ガラス転移温度はBA1qの方が高く、さらに2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス(2-メチルフェニル)シロールの方がBA1qよりも実用上の電界強度下で電子移動度が高いことがわかった。

【0075】

電子輸送層をBA1q単独で形成した有機EL素子と、2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス(2-メチルフェニル)シロール単独で形成した有機素子を比較した結果、BA1qのみで電子輸送層を形成した有機EL素子の方が初期輝度半減期が長くなっていた。

【0076】

また、2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス(2-メチルフェニル)シロールは分子量400以上である。

作成した有機EL素子の初期輝度半減期(初期輝度2400cd/m²)および輝度1000cd/m²における電力効率と電流効率を実施例1の場合と同様に測定した結果を表4に示す。

(実施例20~24) BA1qと2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス(2-メチルフェニル)シロールを共蒸着して電子輸送層6を形成する例

実施例20~24は、電子輸送層6全体に対する2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス(2-メチルフェニル)シロールの重量割合が、それぞれ10%、20%、30%、40%、50%である以外は、全て実施例19と同条件で有機EL素子を形成した例である。

【0077】

実施例19と同様に初期輝度半減期(初期輝度2400cd/m²)及び輝度1000cd/m²における電力効率と電流効率の測定結果を表4に示す。

(比較例6) BA1qと2, 5-ビス(6'-(2', 2"-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ビス(2-メチルフェニル)シロールを共蒸着し

て電子輸送層 6 を形成する例

比較例 6 は、電子輸送層 6 全体に対する 2, 5-ビス (6' - (2', 2'' - ビピリジル)) - 1, 1-ジメチル-3, 4-ビス (2-メチルフェニル) シロールの重量割合が 60% である以外は、全て実施例 19 と同条件で有機 EL 素子を形成した例である。

【0078】

実施例 19 と同様に初期輝度半減期 (初期輝度 2400 cd/m^2) 及び輝度 1000 cd/m^2 における電力効率と電流効率の測定結果を表 4 に示す。

【0079】

【表 4】

| | 2, 5-ビス (6' - (2', 2'' - ビピリジル)) - 1, 1-ジメチル-3, 4-ビス (2-メチルフェニル) シロール重量割合 (%) | 電力効率 (lm/W) | 電流効率 (cd/A) | 初期輝度 半減期 (hr) |
|--------|--|----------------|----------------|---------------------|
| 実施例 19 | 1 | 2.8 | 4.6 | 160 |
| 実施例 20 | 10 | 2.9 | 4.6 | 158 |
| 実施例 21 | 20 | 3.3 | 4.8 | 158 |
| 実施例 22 | 30 | 3.9 | 5.2 | 155 |
| 実施例 23 | 40 | 3.9 | 5.5 | 153 |
| 実施例 24 | 50 | 4.2 | 5.7 | 153 |
| 比較例 3 | 0 | 1.5 | 3.5 | 160 |
| 比較例 6 | 60 | 4.2 | 5.9 | 123 |

(評価)

表 4 に示すように、BA1q と 2, 5-ビス (6' - (2', 2'' - ビピリジル)) - 1, 1-ジメチル-3, 4-ビス (2-メチルフェニル) シロールを共蒸着して電子輸送層 6 を形成した実施例 19 ~ 実施例 24、比較例 6 の有機 EL 素子は、比較例 3 の BA1q のみで電子輸送層 6 を形成した有機 EL 素子に比べて、電力効率、電流効率が向上した。また、実施例 19 ~ 実施例 24、比較例 3 の有機 EL 素子は、比較例 6 の有機 EL 素子に比べて、初期輝度半減期が長くな

った。従って、電子輸送層 6 全体に対する 2, 5-ビス (6' - (2', 2'' - ビピリジル)) - 1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールの重量割合が 1%以上 50%以下のとき、長い初期輝度半減期と高い発光効率とを両立できることが分かった。

【0080】

【発明の効果】

本発明によれば、長い初期輝度半減期を損なわずに発光効率の高い有機 EL 素子を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

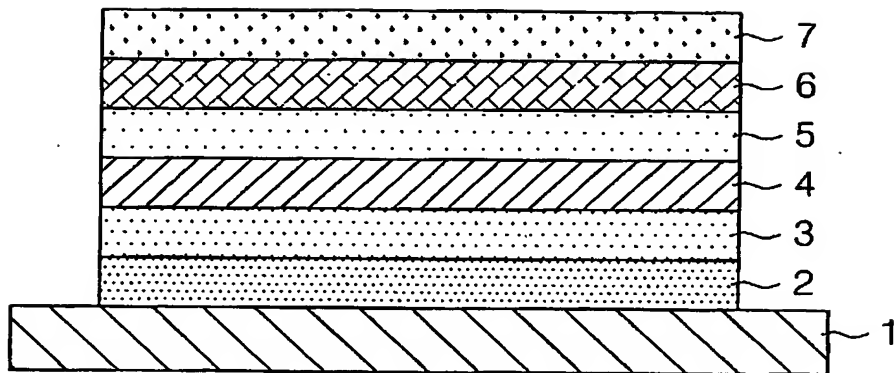
【図 1】 本発明の原理説明図。

【符号の説明】

1…基板、2…陽極、3…ホール注入層、4…ホール輸送層、5…発光層、6…電子輸送層、7…陰極。

【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 長い初期輝度半減期を有し、且つ、高い発光効率を有する有機電界発光素子を提供する。

【解決手段】 有機EL素子は、基板1上に陽極2を形成し、その陽極2の上に、ホール注入層3、ホール輸送層4、発光層5、電子輸送層6及び陰極7を順番に積層することによって形成されている。電子輸送層6は、第一の有機化合物と第二の有機化合物とによって形成されている。そして、この第一の有機化合物は、第二の有機化合物よりも電子移動度が高い材料で形成されているとともに、第二の有機化合物は第一の有機化合物よりもガラス転移温度が高い材料にて形成されている。第一の有機化合物としてはシロール誘導体が好ましく、第二の有機化合物としては金属錯体が好ましくなっている。そして、電子輸送層6全体に対する第一の有機化合物の重量割合を、1%以上50%以下とすると、有機ELは、長い初期輝度半減期と高い発光効率とを両立することができる。

【選択図】 図1

特願 2002-322773

出願人履歴情報

識別番号

[000003218]

1. 変更年月日
[変更理由]

2001年 8月 1日

名称変更

住 所

愛知県刈谷市豊田町2丁目1番地

氏 名

株式会社豊田自動織機

特願 2 0 0 2 - 3 2 2 7 7 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 2 0 7 1]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 3 日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市北区中之島 3 丁目 6 番 3 2 号

氏 名

チッソ株式会社